

leichtesten Verluste ein. Man muß darauf achten, daß die Schale stets nur ganz kurze Zeit in die Flamme kommt. Die Salze dürfen keinesfalls zum Schmelzen kommen.

Es kommt manchmal vor, daß beträchtliche Mengen organischer Substanz sich allen vorhergehenden Verbrennungen entziehen und erst bei der letzten Veraschung unter Bildung von Kohle und brauner Zersetzungsprodukte zerstört werden. War dies der Fall, so wiederholt man das Glühen mit Pottasche, extrahiert wieder und glüht dann noch ein letztes Mal.

3. Der Analysengang bei Gegenwart großer Mengen von Kalksalzen.

Bei der Untersuchung von sehr kalkreichen Substanzen haben wir die Erfahrung gemacht, daß das v. FELLEBERG'sche Verfahren auch in der jetzt von uns geschilderten Form in manchen Fällen nicht zum Ziele führt. Wir beobachteten gelegentlich Fehlresultate, wo nur ein Fünftel bis ein Sechstel des Gesamtjods bei Einhaltung des üblichen Analysenganges zur Bestimmung gelangt.

Es zeigte sich, daß in diesen Fällen das Jod nach der Veraschung in alkoholunlöslicher Form vorlag und sich dadurch der Bestimmung entzog. In solchen Fällen kommt man zum Ziel, wenn man den Glührückstand in Salzsäure löst und nachher die Flüssigkeit wieder alkalisch macht, ehe man mit Alkohol extrahiert.

Bequemer und sicherer kommt man zum Ziel, wenn man nach der gewöhnlichen Verbrennung in der Eisenschale Wasser zusetzt, auf dem Wasserbad erwärmt und das ungelöste, zurückbleibende Kalziumkarbonat heiß filtriert und mit heißem Wasser gründlich auswäscht. Man kann dann noch den Kalk mit Säure vom Filter lösen, wieder ausfällen und abfiltrieren.

Da aber bei gründlichem Auswaschen mit heißem Wasser nur ein unbedeutender Teil des Jods auf dem Filter zurückgehalten wird, kann man sich damit begnügen, den Filtrerrückstand nochmals unter Zusatz von etwas Pottasche zu verbrennen. Das Filtrat wird zur Trockne verdampft, nochmals geglüht, mit Alkohol extrahiert und die alkoholischen Auszüge alle vereinigt.

Das oben erwähnte Verhalten sowie der Umstand, daß bei anderen untersuchten kalkreichen Proben das gewöhnliche v. FELLEBERG'sche Verfahren Werte lieferte, die nur etwa 15% zu niedrig waren, legt die Vermutung nahe, daß das Jod in manchen

Fällen anders gebunden ist. Es ist wahrscheinlich, daß es als schwerlösliches Kalziumjodat vorliegt, welches entweder von vornherein vorhanden war oder sich während der Verbrennung unter der Einwirkung von Oxydationsmitteln gebildet hatte. Diese Annahme wird durch die Beobachtung von KARL CLOSS¹³⁾ gestützt, daß diejenigen Proben, bei denen sich am meisten Jod der Bestimmung entzog, vor der Verbrennung beim Ansäuern aus Kaliumjodid beträchtliche Mengen Jod frei machten, während die Proben, die auch nach dem alten Verfahren untersucht, annähernd gleich hohe Werte gaben, nur schwache oder keine oxydierenden Eigenschaften besaßen.

Da die Trinkwässer der Kropfgegenden, die sehr häufig der Gegenstand von Joduntersuchungen waren, meistens sehr hart (kalkreich) sind, so dürften diese Beobachtungen nicht ohne praktisches Interesse sein. v. FELLEBERG beschreibt die Jodbestimmung in Wässern wie folgt¹⁴⁾:

„Man bringt das Wasser in einen geräumigen Kolben aus Jenaer Glas, versetzt mit etwas Phenolphthalein und soviel Pottaschelösung, daß eine stark rote Farbe auftritt, und dampft auf ein kleines Volumen ein. Wenn sich bei Trinkwasser oder Flußwasser Kalk abscheidet, so filtriert man nach einiger Zeit.“ Das Filtrat wird weiter untersucht, der Filterrückstand dagegen vernachlässigt.

Es wurde diese Methode bereits von CHATIN¹⁵⁾ verwendet, der auch angibt, daß die harten, viel Kalk und Magnesia enthaltenden Wässer ihr Jod schnell verlieren.

Es ist schwer verständlich, warum kalkreiche Lösungen besonders leicht ihr Jod verlieren sollen, da sie doch alkalisch sind. Ist es nicht nach unseren oben mitgeteilten Ergebnissen eher anzunehmen, daß das Jod den Analytikern in solchen Fällen bei der Analyse entgangen ist?

Nach verschiedenen Forschern soll auch ein Teil des Jods im Meerwasser als Kalziumjodat vorliegen (SONSTADT¹⁶⁾).

Auch für die Jodmangeltheorie des Kropfes dürften diese Beobachtungen von Wichtigkeit sein. Der Jodmangel einer Gegend wird nämlich von den meisten Forschern durch Wasseranalysen festgestellt.

¹³⁾ KARL CLOSS, Diss. München 1929. Wird demnächst veröffentlicht.

¹⁴⁾ TH. V. FELLEBERG, *Ergebn. der Physiol.* 25, 196 (1927).

¹⁵⁾ A. CHATIN, cit. nach v. FELLEBERG l. c. Seite 183.

¹⁶⁾ E. SONSTADT, *Chem. News*, 25, 196, 231, 241 (1872).